

(3) 公開特許公報 (A) 昭61-211305

(5) Int. Cl. 1
C 08 F 8/42
B 01 J 20/26(6) 識別記号 廣内整理番号
7167-4J
7106-4G

(7) 公開 昭和61年(1986)9月19日

(8) 審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

(9) 発明の名称 高吸水性ポリマーの製造法

(10) 特願 昭60-52357

(11) 出願 昭60(1985)3月18日

(12) 発明者 伊藤 嘉一 四日市市東邦町1番地 三菱油化株式会社技術開発研究所
内(13) 発明者 芝野 敏 四日市市東邦町1番地 三菱油化株式会社技術開発研究所
内

(14) 出願人 三菱油化株式会社

(15) 代理人 弁理士 中谷 守也

明細書

1. 発明の名称

高吸水性ポリマーの製造法

2. 特許請求の範囲

1) カルボキシル基及び/又はカルボキシレート基を含有する高吸水性ポリマーを、水の存在下で一般式

X R₁ Y_n(式中、Xは高吸水性ポリマーの官能基と反応しうる官能基を示し、R₁は有機基を示し、Yは加水分解性基を示し、nは1~3の整数を示す。)で表わされるシランカップリング剤で処理することを特徴とする高吸水性ポリマーの製造法。

2) 高吸水性ポリマーが、アクリル酸及び/又はメタクリル酸にもとづくカルボキシル基及び/又はアルカリ金属のカルボキシレート基を含有するポリマーである特許請求の範囲第1項記載の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(a) 発明の目的

本発明は吸水速度が速く、かつ吸水ゲル強度の高い高吸水性ポリマーの製造法に関する。

(a) 産業上の利用分野

本発明の製造法で得られる高吸水性ポリマーは、多量の水を短時間に吸水して膨潤するが、水に不溶であり、かつ吸水して膨潤したポリマーゲルの強度が高いから、各種の吸水性材料又は吸水して膨潤した状態で使用する各種の材料等の製造に有利に使用することができる。

(b) 従来技術

従来、紙、パルプ、不織布、エボンジ状ウレタン樹脂等は、保水剤として生理用ナプキン、紙オナシ等をはじめとする各種の衛生材料及び各種の農業用材料等として使用されてきた。しかし、これらの材料はその吸水量が自重の10~50倍程度にすぎないので、多量の水を吸収又は保持せしめるためには、多量の材料が必要であり、著しくかさ高になるばかりでなく、吸水した材料を加圧すると簡単に水分を分離する等の欠点があつた。この種の吸水材料の上記の欠点を改善するもの

として、近年、高吸水性の種々の高分子材料が検討されている。たとえば、でん粉のグラフト立合体(特公昭53-46189号公報等)、セルロース系触体(特開昭50-80376号公報等)、水溶性高分子の聚物(特公昭43-23462号公報等)、自己架橋性アクリル酸アルカリ金属触体(特公昭64-30710号公報等)等が検討された。

しかし、これらの高吸水性高分子材料は、吸水能が低かつたり、あるいは吸水能が高くてても、吸水速度が遅かつたり、水と混合した場合にいわゆる“立立”(すなわち水膨脹能がむら)を生ずるなどのために、効率よく吸水を行なわせることができず、吸水に長時間を必要とするなどの欠点がある。そのため、かかる従来の高吸水性高分子材料は、生産用ナップキン、尿オシメなどのようなく一気に多量の水を吸収し、かつ即時的な吸水能が要求される用途には不向きである。

一方に、吸水性立合体の水への分散性、溶解性、又は吸水速度等を向上させる目的で、吸水性立合

本発明者は、前記の問題点を解決するために日々研究を重ねた結果、カルボキシル基及び/又はカルボキシレート基を含有する高吸水性ポリマーを、特定のシランカシブリング剤で処理すれば、容易にその目的を達成できることを知り、本発明に到達したのである。

すなわち、本発明の高吸水性ポリマーの製造法は、カルボキシル基及び/又はカルボキシレート基を含有する高吸水性ポリマーを、水の存在下で一液式

XRSI Yn (I)

(式中、Xは高吸水性ポリマーの官能基と反応しうる官能基を示し、Rは有機基を示し、Yは加水分解性基を示し、nは1~5の整数を示す)で反応されるシランカシブリング剤で処理することを特徴とする方法である。

本発明の製造法における原料の高吸水性ポリマーとしては、カルボキシル基及び/又はカルボキシレート基を含有する高吸水性ポリマーであれば、なんでも使用することができる。かかる高吸水性

体にソルビタンモノステアレート等の界面活性剤、亦即発性炭化水素又はステアリン酸カルシウム粉末等を添加して、立合体反応を触水化する方法が知られているが、この方法を高吸水性ポリマーに適用した場合には、水へのどく初期の分散性が改められるものの、吸水速度の向上効果があまり期待できず、むしろかえつて“立立”を生ぜしめる欠点があつた。

また、高吸水性ポリマーの吸水速度を速めるために、繊維密合を高めてポリマーの吸水性を低下させることも知られているが、この方法は吸水速度をやや向上させることができるが、その向上効果が緩慢といえず、かえつて逆に吸水能を冠しく低下させる欠点があつた。

(発明が解決せんとする問題)

本発明は吸水速度が速く、かつ吸水ポリマーが溶解性の高い高吸水性ポリマーを容易に調達する方法を提供しようとするものである。

(b) 発明の構成

(問題点の解決手段)

ポリマーの例としては、たとえばアクリル酸(塩)立合体、メタクリル酸(塩)立合体、アクリル酸(塩)/メタクリル酸(塩)共立合体、でん粉/アクリル酸(塩)グラフト共立合体、でん粉/アクリル酸エカルグラフト共立合体のケン化物、でん粉/メタクリル酸メタルグラフト共立合体のケン化物、メタクリル酸メタル/茚酸ビニル共立合体のケン化物、アクリル酸メタル/茚酸ビニル共立合体のケン化物、でん粉/アクリロニトリルグラフト共立合体のケン化物、でん粉/アクリルアミド、グラフト共立合体のケン化物、でん粉/アクリロニトリル-2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸グラフト共立合体のケン化物、でん粉/アクリロニトリル/ビニルスルホン酸グラフト共立合体のケン化物等の各立合体の架橋物、さらにアクリル酸で架橋されたポリエチレンオキシド、ナトリウムカルボキシメチルセルロースの架橋物等があげられる。また前記のアクリル酸(塩)やメタクリル酸(塩)の立合体(共立合体を含む)は、アクリル酸(塩)やメタクリ

ル酸(塩)に、生成吸水性ポリマーの性能を低下させない範囲の量のマレイン酸(塩)、イタコン酸(塩)、アクリルアミド、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、2-アクリロイルエタンスルホン酸、2-ヒドロキシエチルアクリレート、又は2-ヒドロキシエチルメタクリレート等のモノマーを共立合させた共立合体であつても宜えない。

本発明において既科の高吸水性ポリマーとして用いられる前記の各組の共合体の発現物は、粗々の手筋で発現物とすることができる。その発現手筋としては、たとえば共合体分子の高密度化による分子間のからみ、或いは環状環約による自己環締、或いは前記各組モノマーと共立合可能なシビニル化合物、例えばN,N'-メテレンビス(メタ)アクリルアミド、(ポリ)エテレンクリコールジ(メタ)アクリレート等による環締、また共合体の官能基、例えばカルボキシレート基と反応しうる多官能性化合物、例えば(ポリ)グリ

ビルメチルジエトキシシラン、 α -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、 α -(2-アミノエチル)アミノプロピルトリメトキシシラン、 α -(2-アミノエチル)アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 α -アミノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニル- α -アミノプロピルトリメトキシシラン、 α -メルカブトプロピルトリメトキシシラン、 α -メルカブトプロピルメチルジメトキシシラン、 α -タロロプロピルトリメトキシシラン、 α -タロロプロピルメチルジメトキシシラン、オクタデシルジメチル[3-(トリメトキシシリル)プロピル]アンモニウムクロライドなどがあげられる。

本発明における高吸水性ポリマーのシランカップリング剤による処理は、水の存在下で行なわせるのを必須とする。水の不存在下でシランカップリング剤処理をしても所期の目的を達成することができない。

その水の存在下のシランカップリング剤処理は粗々の頭板において実施することができる。その

シジルエーテル酸、ハロエーテル化合物、ポリアルデヒド酸、ポリカルボン酸等を加えて反応せしめて環化する方法、さらに混合体中に存在する官能基間の反応、例えばカルボキシル基と水酸基によるエステル化等によく使用される。

また、本発明の既科の高吸水性ポリマーがカルボキシレート基を有する場合としては、ナトリウムやカリウム等のアルカリ金属化合物のマグネシウムやカルシウム等のアルカリ土金属化合物があげられるが、特に好ましいのはアルカリ金属化合物のものである。

本発明の既述法で用いられる前記の一液式①で処理されるシランカップリング剤における官能基Xとしては、たとえばグリシジル基、アミノ基及びメルカブト基などがあげられ、また加水分解性基Yとしては、たとえばアルコキシ基及びアセトキシ基などがあげられる。そのシランカップリング剤①の具体例としては、 α -グリンドキシプロピルトリメトキシシラン、 α -グリンドキシプロ

ピリジン処理としては、たとえば高吸水性ポリマーの発現物にシランカップリング剤と水との混合物を添加して加熱して水を蒸発させてもよいし、高吸水性ポリマー粉末を不活性溶媒中に溶解してスラリー状とし、このスラリーにシランカップリング剤と水の混合物を添加して通常下に加熱処理するか、若しくは前記のスラリーにシランカップリング剤と次の混合物を添加して、水及び不活性溶媒を蒸発させてもよい。また、高吸水性ポリマーの既述工藝で得られた高吸水性ポリマー及び水を含有する反応生成液に、直接にシランカップリング剤を添加して、通常下に加熱するか、若しくはシランカップリング剤を添加した反応生成液を加熱して蒸発させてもよい。これらの各場合において、シランカップリング剤とともに、さらに一液的にシラノール結合触媒として知られているジブチルジメチラクリレート、ジブチルナフジアセテート、ジブチルナフジオクトエート等を添加して処理をすれば、より効果的に吸水速度の速い高吸水性ポリマーとすることができる。

前記の各処理において使用する不活性樹脂としては、たとえばメタノール、エタノール等のアルコール類；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類；ジエチルエーテル、ジブチルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類；ヨーベンタン、ヨーヘキサン、ヨーヘブタン、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレン等の反化水溶媒；四塩化炭素、塩化メチレン、クロロホルム、エチレンジクロライド等のハロゲン化炭化水溶媒等があげられる。

前記の処理におけるシランカップリング剤の使用量は、高吸水性ポリマーの種類、存在せしめる水の量、不活性樹脂の種類及び量等によつても多少異なつてくるが、通常、高吸水性ポリマーに対して0.001～1.00立位分、好ましくは0.01～3立位分である。向使用量が少なすぎると吸水速度及びゲル強度の向上効果が得られなくなるし、多すぎると処理後のポリマーの吸水能が低下する。

また、前記の処理において存在せしめる水の量は、高吸水性ポリマーに対して0.5～300立位分、

処理反応が進行しやすくなる反面において、取扱う物質量が多くなり、定位等の容積効率が悪くなり、処理コストが高くなるなど、工芸的に不適となる。

シランカップリング剤と併用するととのある前記のシタノール回合触媒の使用量は、シランカップリング剤に対して、通常0.1～500立位分、好ましくは1～100立位分である。

本発明における水の存在下のシランカップリング剤による処理回数は、シランカップリング剤の種類、不活性樹脂の種類と量、水の存在量、及び高吸水性ポリマーの種類等によつても異なり、一概に一般的に規定できないが、通常20～180回、好ましくは30～150回の範囲から適宜に決定される。

(実施例等)

以下に、高吸水性ポリマー製造例及び実施例をあげてさらに詳述する。

高吸水性ポリマー製造例1

特開昭59-236885号公報の実施例1にもと

好ましくは8～100立位分である。水の量が少なすぎると、高吸水性ポリマーが処理時に膨潤状態にならないために、シランカップリング剤との反応が有効に進行せず、処理に長時間を要するなど、工芸的実施上の不適となる。また、水の量が多すぎると、得られるポリマーのゲル強度が向上するが、シランカップリング剤による吸水速度の向上効果が低下し、多量のシランカップリング剤が必要になるし、ポリマーの吸水能も低下する。

前記の処理において使用する不活性樹脂は、1種類を用いてもよいし、2種以上を適宜に併用してもよい。不活性樹脂の使用量は、高吸水性ポリマーの種類や不活性樹脂の種類等によつても異なるが、高吸水性ポリマーに対して、通常10～5000立位分、好ましくは50～500立位分である。不活性樹脂の使用量が少ないと、処理において吸収物質量が少くなり、処理過程等の容積効率が悪くなるが、処理時の高吸水性ポリマーの分散性が悪くなるために、処理反応が有効に進行しなくなる。また、不活性樹脂の使用量が多すぎると、

プロセス吸水性ポリマーを超過した。

すなわち、脱水機、脱泥機、回流管、回流計、空気ガス導入管を付設した容積1ℓの四つロ丸底フラスコに、シクロヘキサン375ℓを入れ、ソルビタンモノステアレート4.5ℓを添加して溶解させたのち、空気ガスを吹き込み、留存溶液を退出した。

別に、容積800mlのフラスコ中でアクリル酸75ℓを外部より放冷しながら、これに水201ℓに溶解した31.2ℓの苛性ソーダを加え、カルボキシル基の74.8ℓを中和した。この場合の水に対するモノマー濃度は30立位分に相当する。次いで、これに過酸化カリウム0.25ℓを加えて溶解させたのち、空気ガスを吹き込んで留存溶液を退出した。

前記の四つロフラスコの内容物に、この500mlのフラスコの内容物を添加し、搅拌して分散させ、空気ガスをバーリングさせながら油浴によりフラスコ内温を昇温させたところ、80℃付近に適してから内温が急激に上昇し、数十分後には75℃に達した。次いで、その内温を60～65℃に保持し、かつ搅拌しながら4時間反応させた。なお、

搅拌は 250 rpm で行なつた。

4 時間反応させた後搅拌を停止すると、圓筒ポリマー粒子がフラスコの底に沈降したので、デカントーションでシクロヘキサン相と容易に分離できた。分離した圓筒ポリマーを減圧乾燥器に移し、80～90℃に加温して付着したシクロヘキサン及び水を除去したところ、さらさらとした堅硬に粉砕できる塊を含む粉末ポリマーが得られた。

高吸水性ポリマー製造例2

特公昭54-30710号公報の実施例1にもとづき高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、搅拌機、恒温冷却器、筒下ロート、窒素ガス導入管を付した 500 ml の四つロ丸底フラスコにローヘキサン 228 ml を入れ、ソルビタンモノステアレート 1.8 g を添加して溶解させたのち、窒素ガスを吹き込んで懸濁液を排出した。

別に、三角フラスコ中でアクリル酸 3.0 g を外部より水浴しながら、これに水 3.0 g に溶解した 13.1 g の濃度 8.5% の苛性ソーダの水溶液を加えて、カルボキシル基の 7.9 g を中和した。水相中のカリウム 0.1 g を加え、搅拌して室温で溶解させた。

別に、予め系内を窒素ガス置換した恒温冷却筒付きの 500 ml フラスコに、シクロヘキサン 183.6 g、及び HLB が 8.6 のソルビタンモノラクリレート 1.9 g を仕込み、恒温で搅拌して界面活性剤を溶解させたのち、前述の過酸化カリウムを添加したアクリル酸の部分中和液を筒下して溶解させた。再び系内を窒素ガスで充分に置换したのち、昇温して油浴温度を 8.5 ～ 9.0 ℃ に保持しながら、3 時間反応させた。生成した立合液を減圧下で蒸発乾燥することにより、堅硬粒状の粉末ポリマーを得た。

高吸水性ポリマー製造例4

特開昭52-26886号公報の実施例9にもとづき高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、15 g のトクモロコシでん粉及び 116 g の水を、搅拌機、窒素吹き込み管、恒温筒を備えた反応筒に仕込み、窒素気流下で 8.0 ℃ で 1 時間搅拌した。得られたでん粉液を 3.0 ℃ に冷却したのち、15 g のアクリル酸、15 g のアクリル

ノマー過酸化物を 4.5 目立に加え、次いで、過酸化カリウム 0.1 g を加えて溶解したのち、窒素ガスを吹き込んで、懸濁する固形を追い出した。

この三角フラスコの内容物を、上記の四つロフラスコに加えて分散させ、窒素ガスを少しづつ導入しながら、かつ油浴によりフラスコの内圧を 60 ～ 65 ℃ に保持しながら、6 時間反応を行なわせた。反応系は搅拌を停止すると圓筒ポリマー粒子が容易に沈降分離する固形となつた。ローヘキサンを減圧下で除去し、得た圓筒ポリマーを 80 ～ 90 ℃ の油浴で減圧下で乾燥した。生成ポリマーは、さらさらとした堅硬に砂糖化しうる粉末含む粉末として得られた。

高吸水性ポリマー製造例3

特開昭56-131608号公報の実施例1にもとづき高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、アクリル酸 8.0 g を容積 100 ml のフラスコに入れ、冷却しながら搅拌下に 226 ml の苛性ソーダ水溶液 58.7 g を筒下して、アクリル酸の 8.0 g を中加した。次いで、これに過酸化カリ

アミド、0.15 g のカルシウムオキシド、立合液として 0.15 g の過酸化アンモニウム及び 0.015 g の立合酸ナトリウムを添加し、40 ℃ で 3 時間搅拌して立合させたところ、反応液は界面活性のある白色固体状物となつた。

得られた白色固体を 8.0 ～ 9.0 ℃ で減圧乾燥し、粉碎して粉末状にした。この粉末に 5 g の水酸化ナトリウムの水 / メタノール混合溶液 (水対メタノール容積比 1 对 5) 146.9 g を加え、筒下で 1 時間放置後、8.0 ～ 9.0 ℃ で減圧乾燥し、粉碎したところ、多少褐色を呈した粉末ポリマーを得られた。

高吸水性ポリマー製造例5

特開昭52-27455号公報の実施例3にもとづいて高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、卵殻ビニル 6.0 g とアクリル酸メタル 6.0 g に、立合開始剤として過酸化ベンゾイル 0.5 g を加え、これを分散安定剤として部分ケン化ポリビニルアルコール 3 g を含む水 300 ml 中に分散せしめ、55 ℃ で 6 時間立合反応させたのち、

生成ポリマーを均過し、乾燥した。

次いで、このポリマー25gを800mlのメタノールに加温溶解させ、40℃の弱性ソーダ水溶液を58.1ml添加して、80℃で5時間ケン化反応させた。反応終了後のケン化物をメタノールで洗浄したのち、減圧乾燥して粉末状ポリマーを得た。

高吸水性ポリマー製造例8

特開昭58-71907号公報の実施例11にもとづき高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、アクリル酸30gを崩イオン水924gに加え、さらにこれに中和剤として糊底88gの水酸化カリウム20.8gとN,N'-メテレンビスアクリルアミド0.00832gとを順次に添加し、混合均一化後70立位分のアクリル酸カリウム水溶液(中和底78g)を回収した。

この水溶液を70℃に保溫し、これに水1.0gに2',2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩回粒0.20gを溶解した糊液を加え、直ちに内径約1.0mmの円筒状反応物の底面図上に沈下延展させた(反応物は予め70℃に保溫しておいた)。

製造例9と同様にして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、そのほかは実施例1と同様にして処理をし、乾燥ポリマーを得た。

実施例4~6

製造例4~6と同様にして得られた各乾燥ポリマーをそれぞれ原料として使用し、そのほかは実施例1と同様にして処理をし、各乾燥ポリマーを得た。

実施例7

製造例1と同様にして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、アーグリシドキシプロピルトリメトキシランの使用量を0.0524gに変更し、ジタクリン酸-ジ-ヨーブテルナフチルを全く添加しないで、そのほかは実施例1と同様にして処理をし、乾燥ポリマーを得た。

実施例8

製造例2と同様にして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、そのほかは実施例7と同様にして処理をし、乾燥ポリマーを得た。

実施例9

微粉粒に混合が開始され約1分以内に反応が開始し、混合後で発泡した乾燥ポリマーが得られ、これを研碎して粉末状ポリマーとした。

実施例1

前記の製造例1と同様の方法で得られた乾燥ポリマー20gを300mlのナスコフラスコに加えた。次いで、シクロヘキサン25gを加えてスクリーとした。このスクリーを搅拌しながら水15gにアーグリシドキシプロピルトリメトキシラン0.0262g及びジタクリン酸-ジ-ヨーブテルナフチル0.0048gを溶解した混合液を添加し、密閉で約30分間搅拌した。次いで、80℃の油浴中にフラスコを設置し、106℃まで昇温してから油浴温度を保溫しながら減圧して蒸発乾固させて、乾燥ポリマーを得た。

実施例2

製造例2と同様にして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、そのほかは実施例1と同様にして処理をし、乾燥ポリマーを得た。

実施例3

製造例1と同様にして得られた混合反応液から水を180g留出して濾いた後の液に、アーグリシドキシプロピルトリメトキシランを0.205g、ジタクリン酸-ジ-ヨーブテルナフチルを0.021g添加し、充分に混合したのちに、80℃の油浴に設置し、油浴温度を106℃まで昇温してから、油浴温度を保溫しながら減圧にして蒸発乾固させて、乾燥ポリマーを得た。

実施例10

製造例2と同様にして得られた混合反応液から水を30g留出して濾いた後の液に、アーグリシドキシプロピルトリメトキシランを0.075g、ジタクリン酸-ジ-ヨーブテルナフチルを0.0075g添加し、充分に混合したのち、80℃の油浴に設置し、油浴温度を106℃まで昇温してから、油浴温度を保溫しながら減圧にして蒸発乾固させて、乾燥ポリマーを得た。

実施例11

製造例1と同様にして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、カコシランカップリング剤と

してア-(2-アミノエチル)アミノプロピルトリメトキシランを使用し、そのほかは実施例1と同じにして処理をし、乾燥ポリマーを得た。

実施例1-2

実施例1と同じにして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、カコシランカップリング剤としてア-クロロプロピルトリメトキシランを使用し、そのほかは実施例1と同じにして処理をし、乾燥ポリマーを得た。

以上の各試験例で得られたポリマー及び各実施例で得られたポリマーについて、下記の純水吸水能、食塩水吸水能、吸水速度、さらに現象及び吸水ゲル強度の各試験を行なつた。その結果は以下に示すとおりであつた。

A 純水吸水能

1ℓのビーカーにポリマー約0.5g及び純水約1ℓをそれぞれ秤量して入れて混合してから、約60分間放置して水でポリマーを充分に膨潤させた。次いで、100メッシュフルイで水切りをしたのち、それが過濾皿を秤量し、下記式にしたがつて吸水能を算出した。

て各時間毎の吸水能を求めて比較する。

D まさに現象

ポリマー0.5gをシャーレにとり、20mlの食塩水をピベットで滴下して滴加し、そのときのまさに現象の発生の有無を肉眼で調べた。

E 吸水ゲル強度

ポリマーに自己の200倍量の純水を加えて膨らませしめ、得られた吸水ゲルの弹性力を粗で評価することによって吸水ゲルの強度を調べて、下記の基準にしたがつて評価した。

- ×：弱い
- △：やや弱い
- ：普通
- ◎：やや強い
- ◎：強い

て純水吸水能を算出した。

$$\text{純水吸水能}(g/g\text{樹脂}) = \frac{\text{仕込水}\text{1}\text{kg}\text{の}\text{1}\text{kg}\text{樹脂}\text{の}}{\text{仕込ポリマー}\text{1}\text{kg}}$$

B 食塩水吸水能

300mlのビーカーにポリマー約0.5g及び自己0.9kg量の食塩水約200mlをそれぞれ秤量して入れ、混合してから約60分間放置して、食塩水によつてポリマーを充分に膨潤させた。次いで、100メッシュフルイで水切りをしたのも、その過濾皿を秤量し、下記式にしたがつて吸水能を算出した。

$$\text{食塩水吸水能}(g/g\text{樹脂}) = \frac{\text{仕込食塩水}\text{1}\text{kg}\text{の}\text{1}\text{kg}\text{樹脂}\text{の}}{\text{仕込ポリマー}\text{1}\text{kg}}$$

C 吸水速度

300mlのビーカーに自己0.9kg量の食塩水を約200ml秤量して入れ、これにポリマー約0.5gを秤量して盛りし、分散させ、所定の各時間(1分、3分、5分)毎秤量して膨潤させた。所定の各時間毎に100メッシュフルイで水切りをしたのも、その過濾皿を秤量し、上記Dにかかる計算式によつて各時間毎の吸水能を求めて比較する。

第 1 表

ポリマー種類	純水吸水能 (g/g 樹脂)	食塩水吸水能 (g/g 樹脂)	吸水速度 (g/g 樹脂)			ままと現象	吸水ゲル知度
			1分	3分	5分		
製造例 1	1881.0	167.0	26.5	44.8	49.7	あり	×
〃 2	450.0	82.0	10.2	19.3	20.5	〃	△
〃 3	983.4	92.8	18.7	27.2	30.8	〃	×～△
〃 4	350.5	58.0	18.0	18.0	19.5	〃	△～○
〃 5	823.6	50.0	9.5	14.5	18.5	ややあり	○～◎
〃 6	512.8	75.0	15.5	19.8	21.0	あり	×
実験例 1	885.3	105.1	8.5	9.5	10.0	なし	○
〃 2	389.5	60.5	5.4	8.4	8.5	〃	○～◎
〃 3	795.6	89.5	7.2	8.1	8.5	〃	○～○
〃 4	338.2	55.3	3.0	3.4	3.6	〃	○
〃 5	485.0	50.5	2.5	3.0	3.5	〃	○
〃 6	440.8	68.0	5.0	5.7	5.9	〃	○
〃 7	3050.5	102.6	9.0	9.2	9.3	〃	○～○
〃 8	398.0	50.5	5.4	5.4	5.4	〃	○
〃 9	852.1	95.3	7.8	8.2	8.5	〃	○～○
〃 10	395.8	01.5	5.4	5.6	5.8	〃	○
〃 11	1254.3	115.2	6.8	8.0	8.5	〃	○
〃 12	1051.3	108.9	6.5	7.5	8.0	〃	○

(c) 発明の効果等

本発明の製造によれば、吸水能が高いばかりでなく、吸水速度が速くて、吸水時にまとと現象を起さずに速やかに吸水することができる。しかも高い吸水ゲル強度を示す優れた高吸水性ポリマーを簡単な方法で容易に製造することができる。そして、この高吸水性ポリマーは、その優れた性能を活用して、生産用ナップキンや紙オシメ等をはじめとする種々の衛生材料、及び土壤改良剤や保水材等をはじめとする園芸用又は農業用等の各種の材料の製造に有利に使用することができる。

特許出願人 三徳油化株式会社

代理人弁理士 中谷 守也